

УДК 621.315.612.5

В.И. Часнык, канд. техн. наук

Влияние структурной иерархии частиц проводящей фазы в материале объемного поглотителя на процесс поглощения СВЧ-энергии

В работе рассмотрены объемные поглотители с диэлектрической основой из нитрида алюминия и проводящими частицами молибдена. Исследовано влияние сферообразных структур конгломератов, образующихся из частиц молибдена, на уровень поглощения СВЧ излучения при разной концентрации молибдена в композите AlN-Mo. Показано, что максимальное поглощение СВЧ-излучения связано с образованием объемных сферообразных конгломератов и достигается при 16-18% об. с частицами молибдена 21 мкм и при 22-24% об. с размером частиц 4-8 мкм.

This article considers the bulk absorbers with dielectric base made of aluminium nitride and particles of conducting molybdenum. Influence of sphere formed structures of the conglomerates formed by molybdenum particles on microwave absorption level is investigated at different concentration of molybdenum in composite ALN-Mo. It is shown that peak absorption is related to formation of bulk sphere formed shaped conglomerates and is reached at 16-18% of bulk with molybdenum particles of 21 microns and at 22-24 % of bulk with the particles of 4-8 microns.

Ключевые слова: *объемный поглотитель, поглощение СВЧ-излучения, композиты, нитрид алюминия, частицы молибдена, конгломерат, сферообразная структура*

Введение

Известно, что достижение требуемых уровней поглощения СВЧ-энергии в объемных поглотителях осуществляется в основном за счет оптимально выбранных концентраций и размеров частиц проводящей или полупроводящей фазы, т. е. металла или полупроводниковых материалов [1-4]. Большинство авторов сходится в том, что для максимального поглощения СВЧ энергии размеры частиц поглощающей фазы должны быть достаточно малыми. Обычно это единицы микрон [3,4], или они не должны отличаться более, чем на порядок от величины скин-слоя [1,2]. Вместе с тем, в [1] приведены зависимости затухания от размеров частиц (см. рис. 21 с. 69), где показано, что наибольшее за-

тухание СВЧ-энергии ~28дБ обеспечивается при размере частиц 160-200 микрон, что приблизительно в 100раз больше величины скин-слоя для молибдена в диапазоне частот 3-40 ГГц. Таким образом, вопрос о размере частиц проводящей фазы, обеспечивающих высокое поглощение в объемном поглотителе, далеко не столь однозначен даже для одной и той же керамической основы, какой является в нашем случае нитрид алюминия.

До настоящего времени, несмотря на имеющиеся публикации по внутри-вакуумным поглотителям СВЧ-энергии, остается неизученным вопрос о влиянии структурной иерархии частиц проводящей фазы на поглощение СВЧ-энергии и о связи этих пространственных структур с уровнем поглощения электромагнитного излучения в объемных поглотителях.

Основная часть

В настоящей работе рассматриваются внутри-вакуумные объемные поглотители с диэлектрической основой из нитрида алюминия (AlN) и проводящими частицами из молибдена. Целью работы является исследование влияния структур, образующихся из частиц проводящей фазы, на поглощение СВЧ-энергии в системе диэлектрик-проводник.

При изготовлении поглотителя использовали порошок нитрида алюминия Донецкого завода химических реактивов. Удельная поверхность порошка AlN составляет $2,0 \text{ м}^2/\text{г}$. В качестве активатора спекания порошка нитрида алюминия применяли оксид иттрия Y_2O_3 марки ИТО-И (ГОК, Киргизия). Исходный порошок молибдена состоит из трех основных фракций: практически сферообразных, правильноогранных частиц с размерами 10-20 мкм, сростки и цепочки из частичек с элементами правильной огранки-10 мкм; монолитные сростки мелких 1-5 мкм частичек. Для получения смеси AlN- Y_2O_3 порошок AlN смешивали с порошком Y_2O_3 (4% по массе) сухим способом в планетарном активаторе АПФ (фирма «Гефест», РФ). Удельная поверхность смеси равнялась $3,7 \text{ м}^2/\text{г}$. Затем ее и порошок молибдена смешивали на протяжении 6 мин. Порошковые компакты спекали в атмосфере азота под давлением 0,12 МПа при

температуре 1850^oC на протяжении 60 мин в печи СШВ-1,25/25-11 [5].

Анализ микроструктуры исходных порошков и образцов материалов, полученных после спекания, проводили с помощью оптической, а также сканирующей и просвечивающей электронной микроскопии. На отполированных шлифах с помощью оптического микроскопа NU2 проводили количественную оценку параметров включений металлической фазы, используя специализированный материаловедческий комплекс анализа изображений структур «SIAMS-340». Электрическое сопротивление образцов определяли с помощью прибора Е6-15 по четырехзондовой схеме. Измерение диэлектрической проницаемости и диэлектрических потерь в СВЧ-диапазоне проводились резонансным методом [4]. Измерение затухания кольца поглотителя с размерами $\varnothing 16 \times \varnothing 6 \times 2,7$ мм, размещенного в резонаторе замедляющей системы макета СВЧ-прибора, проводили на панорамном измерителе КСВН и ослаблений Р2-61 в диапазоне частот 9,5-10,5 ГГц. Методика измерения затухания описана в [4]. Рентгенофазовый анализ образцов поглотителя с содержанием молибдена 38% по массе АН-38М проводили на установке ДРОН-3М в $\text{Cu K}\alpha$ -излучении с Ni-фильтром [6]. Гранулометрический состав порошка смеси $\text{AlN} + 4\% \text{Y}_2\text{O}_3 + 38\% \text{Mo}$ (масс.) после размолла определяли на приборе GRANULOMERTE 715 E482 CILAS.

На рис. 1 приведен рентгеновский спектр одного из образцов АН-38М в $\text{Cu K}\alpha$ излучении с резонансами, отмечающими определенные фазы, из которых состоит исследуемый композит.

Анализ рентгеновского спектра показывает,

что композит АН-38М представляет собой гетерофазную структуру, в которой содержатся фазы нитрида алюминия, молибдена и небольшое количество карбида молибдена Mo_2C и иттрий-алюминиевого граната $\text{Y}_3\text{Al}_5\text{O}_{12}$.

Гранулометрический состав порошка смеси $\text{AlN} + 4\% \text{Y}_2\text{O}_3 + 38\% \text{Mo}$ по массе после размолла в течение 6 мин по фракциям был следующим: фракция шихты с размером меньше 4 мкм составляет 48,3%, от 4 до 16 мкм – 20,3%, от 16 до 48 мкм – 26,4% и от 48 до 96 мкм – 5%.

На рис. 2а приведено растровомикроскопическое изображение структуры материала АН-38М с 38% Мо (масс.) или 17%(об.) при относительно небольшом увеличении $\times 72$. Светлые зерна микроструктуры соответствуют частицам молибдена, а темный фон – керамической фазе нитрида алюминия. Общее число частиц на рис. 2а – 821. Средний размер частиц молибдена 21 мкм. Из рисунка видно, что металлическая компонента не образует сплошного проникающего каркаса.

Фрагмент того же самого изображения структуры материала АН-38М, но при увеличении $\times 360$ показан на рис. 2б. Светлый фон на рис. 2б соответствует диэлектрической фазе нитрида алюминия, частицы молибдена показаны черным цветом. В левой половине рис. 2б конгломерат размером 190×220 мкм, состоящий из крупных частиц молибдена, ограничен штриховой линией. Большинство образующих этот конгломерат частиц молибдена имеет вытянутую форму с размерами по длине от 40 до 64 мкм и шириной от 15 до 22 мкм. В правой части рис. 2б показаны еще два конгломерата с размерами 116×40 мкм – верхний и 90×32 мкм – нижний.

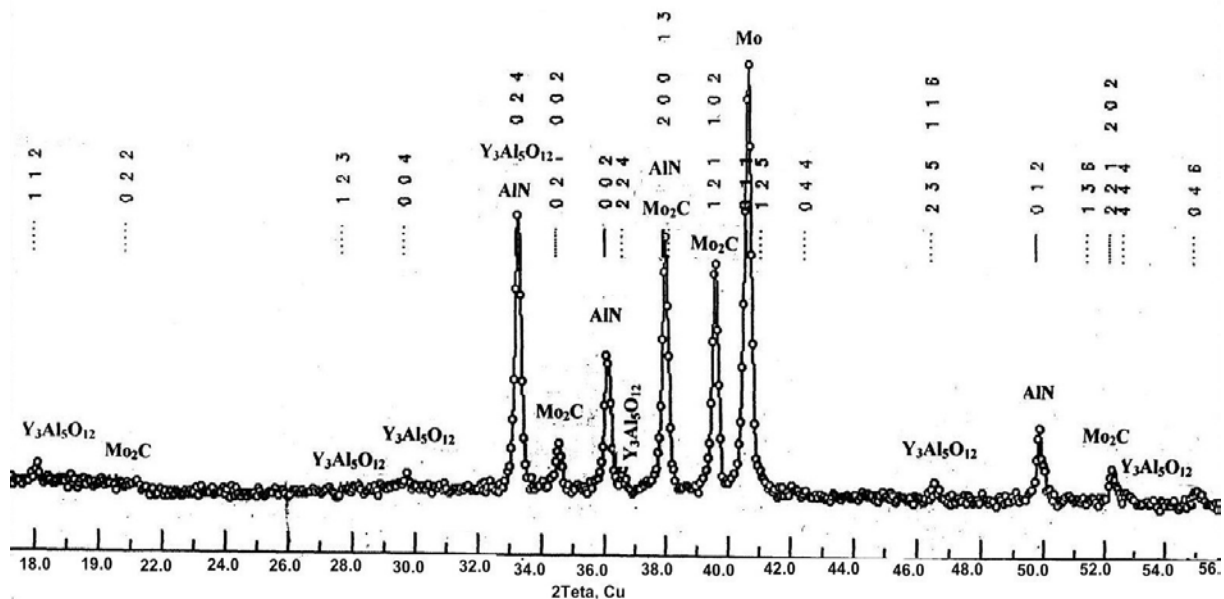


Рис. 1. Рентгеновский спектр образца АН-Мо (38% масс)

Конгломерат-образование (совокупность) из близко расположенных частиц проводящей фазы – молибдена. Расстояние между соседними частицами молибдена в конгломерате обычно меньше размеров самих частиц. Промежутки между частицами молибдена заполнены плотно упакованными частицами матричной керамической фазы нитрида алюминия. Частицы молибдена, из которых состоят конгломераты, образуют в пространстве объемную сферообразную структуру в матричной керамической фазе нитрида алюминия.

Измеренный коэффициент поглощения электромагнитной энергии материала АН-38М из нитрида алюминия с 38%Мо (масс.) и средним размером частиц 21 мкм составляет 35 ± 2 дБ/см на частотах 9,5-10,5 ГГц; диэлектрическая проницаемость $\epsilon = 17 \pm 1$ на частоте 3,2 ГГц; тангенс угла диэлектрических потерь $\text{tg}\delta = 0,066$ на частоте 3,2 ГГц.

Следует отметить, что размеры конгломератов 190-220 мкм в материале АН-38М с уровнем поглощения 35 ± 2 дБ/см очень близки к размерам крупных частиц 160-200 мкм, обеспечивающих наибольшее затухание СВЧ-энергии [1]. Следовательно, конгломераты с размером около 200 мкм ведут себя подобно целым большим частицам такого же размера и вызывают сильное поглощение СВЧ-излучения. В крупных частицах молибдена с размером 160–200 мкм поглощение происходит за счет скин-эффекта, но носит одномоментный характер. В конгломератах, состоящих из частиц молибдена с размером 40–64 мкм, процесс поглощения тоже происходит за счет скин-эффекта, но он более длителен во времени. Во-первых, это происходит за счет отражений, переотражений и поглощения СВЧ-излучения в близко расположенных частицах, образующих сферу конгломерата, а также за счет отражений и поглощения внутри конгломерата. Во-вторых, совокупность сферообразных структур в композите АIN-Мо играет роль своеобразной замедляющей системы для электромагнитной волны. В связи с этим суммарное поглощение СВЧ-излучения и становится таким значительным.

На рис. 3 приведены зависимости электрического сопротивления в композитах АIN-Мо от концентрации молибдена с частицами молибдена разного размера. Как следует из рис. 3, измеренный порог перколяции в исследуемом композите АIN-Мо (кривая 2) наступает при концентрации молибдена больше 18%об. Указанный ранее коэффициент поглощения СВЧ-энергии 35 ± 2 дБ/см был получен при концентрации молибдена в 17%об. или 38% Мо по массе.

Теперь проанализируем возможность образования пространственных структур в объемном поглотителе, состоящего из нитрида алюминия (размер частиц 1-3 мкм) и молибдена (4-8 мкм). С этой целью воспользуемся зависимостью диэлектрической проницаемости (ϵ) и коэффициента поглощения (L дБ/см) от концентрации частиц молибдена в объемном поглотителе АIN-Мо (рис. 4), приведенными в [3]. Из рис. 4 видно, что существуют две сильно отличающиеся по уровню поглощения СВЧ-излучения области концентраций молибдена. Так, при концентрации молибдена 18-30% (Мо,об.) зависимость коэффициента поглощения (кривая 2) похожа на резонансную кривую. В этой области поглощение быстро нарастает в 100 раз (от 10 до 30 дБ) при 18-24% (Мо, об.) и быстро спадает, тоже в 100 раз при 25-30% (Мо, об.).

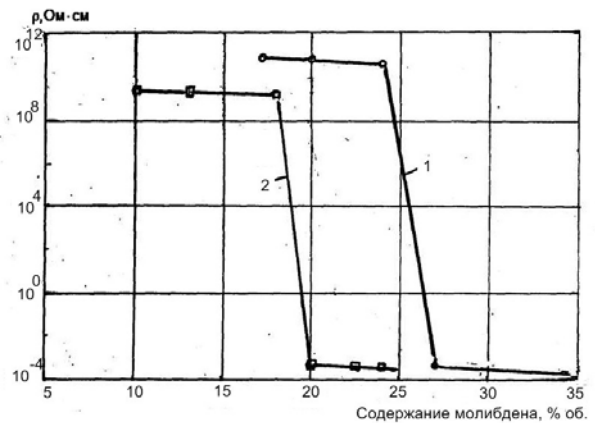


Рис. 3. Зависимость электрического сопротивления ρ от содержания частиц молибдена в материале АIN-Мо при среднем размере частиц – 6 мкм (кривая 1) и 21 мкм (2)

В области концентраций молибдена от 0 до 13% коэффициент поглощения растет пропорционально содержанию молибдена. Если бы и после 13%, сохранялось пропорциональное увеличение затухания с ростом концентрации молибдена приблизительно 1дБ/см на один процент увеличения концентрации молибдена, то зависимость коэффициента поглощения имела бы вид штриховой кривой (3), показанной на рис. 4. Однако в действительности из-за влияния на затухание конгломератов, образующихся при концентрации молибдена больше 22%об. коэффициент поглощения СВЧ-энергии намного больше. Так, по отношению к пропорциональному увеличению затухания (кривая 3 на рис. 4), реальное затухание в композите АIN-Мо при 22-24% (Мо, об.) больше на 12,5-16 дБ, т.е. в 18-40 раз сильнее.

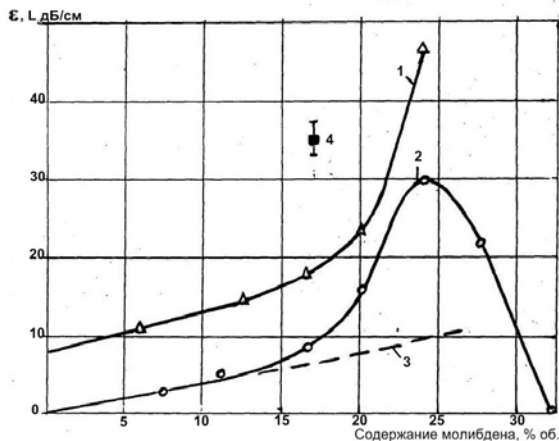


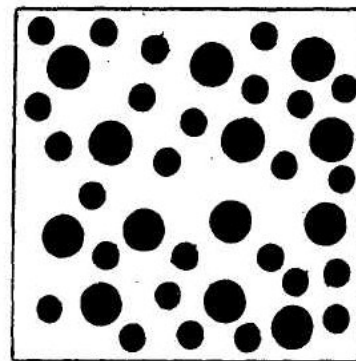
Рис. 4. Зависимости диэлектрической проницаемости ϵ (кривая 1) и коэффициента поглощения электромагнитной энергии L (кривая 2) от содержания молибдена в композите AlN-Mo с частицами молибдена 6 мкм; 4 – уровень поглощения в композите AlN-38%Mo с частицами молибдена 21 мкм

Косвенным подтверждением существования таких структур является значительное увеличение диэлектрической проницаемости ϵ в композите AlN-Mo при содержании частиц молибдена более 18% по объему (см. рис. 4 кривая 1).

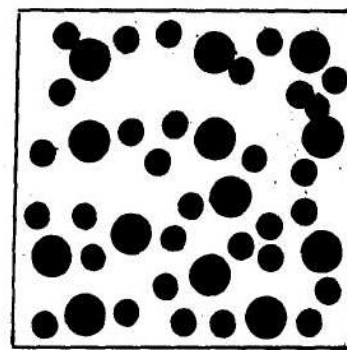
Образование объемных структур из частиц молибдена в композите AlN-Mo с размером частиц 4-8 мкм практически совпадает с порогом перколяции, т.е. с кардинальной сменой электрического сопротивления материала поглотителя (кривая 1 на рис.3) [3]. Электрическое сопротивление композита AlN-Mo резко падает от величины 10^{11} Ом·м в области 18-24% до десятков и единиц Ом в области 26-27% (Mo, об.). Такое изменение сопротивления свидетельствует о том, что конгломераты начинают соприкасаться друг с другом (область 24-26%Mo), а при концентрации $Mo \geq 27\%$, образуется, по всей видимости, непрерывный каркас из проводящей фазы и, как следствие поглощение электромагнитного излучения резко падает.

На основании проведенного анализа можно предложить следующие две основные модели структурной иерархии композита с непрерывной основной фазой из нитрида алюминия и частиц проводящей фазы из молибдена. Схемы этих моделей приведены на рис. 5а, в. Светлый фон на рис.5 соответствует диэлектрической фазе из AlN, частицы проводящей фазы показаны черным цветом. Модель на рис.5а с отдельными частицами проводящей фазы соответствует структуре композита AlN-Mo с частицами молибдена 4-8 мкм и содержанием их до 18%Mo (об.). На рис.5б показано начало формирования цепочек и конгломератов из частиц проводящей фазы. Модель на рис. 5в с цепочками и конгло-

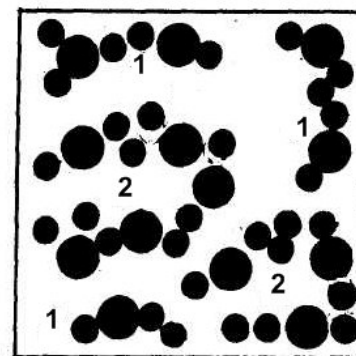
мератами из частиц молибдена отражает структуру композитов AlN-Mo при концентрациях молибдена, близких к порогу перколяции, т.е. 16-17%Mo об. для материала AN-38M и 22-23%Mo об. для AN-50M.



а



б



в

Рис. 5. Модели структурной иерархии композита с непрерывной основной фазой из AlN (светлый фон) и частиц проводящей фазы (черный цвет): а – с отдельными частицами; б – с формирующимися цепочками и конгломератами; в – с цепочками (1) и конгломератами (2) из частиц

Можно сделать вывод о том, что совокупность пространственно-развитых структур, состоящих из частиц проводящей фазы, таких, как конгломераты и цепочки различного вида, способствует тому, что диэлектрические, магнитные и электрические свойства гетерофазных композитов существенно отличаются от тех, в которых этих структур в материале поглотителя

нет или они присутствуют в очень ограниченных количествах. Комплекс физических свойств и особенностей, проявляющихся в сильном изменении величин диэлектрических и электрических параметров таких как ϵ , $\operatorname{tg}\delta$, ρ (Ом/м) приводит к дополнительному рассеянию, переотражению и значительному увеличению поглощения электромагнитного излучения в широком диапазоне СВЧ-длин волн.

Для определения структурной иерархии композитов AlN-Mo, геометрических размеров деталей их строения, а также влияния структурной иерархии на их свойства, необходимо проводить анализ структур этих материалов на макроуровне с увеличением 70-130 и микроуровне с увеличением 300-800. Макроуровень необходим для выявления общего вида и типа структурной иерархии композита, а микроуровень – для определения размеров и формы частиц проводящей фазы, их взаимного расположения. Для определения фазового состава гетерофазных композитов необходим также рентгенофазовый спектральный анализ образцов.

Выводы

При разработке новых объемных поглотителей СВЧ-энергии необходимо обращать внимание не только на оптимальную концентрацию и размер частиц проводящей фазы, но и на поиск условий для создания в материале поглотителя объемных сферообразных структур- конгломератов, состоящих из проводящих частиц. Тем более, что контролировать наличие конгломератов не представляет особой сложности, так как для этого достаточно измерять удельное электрическое сопротивление материала поглотителя на постоянном токе. Необходимо выбирать такие температурные режимы и условия спекания, чтобы электрическое сопротивление материала поглотителя после спекания соот-

ветствовало величине электрического сопротивления начала порога перколяции. Как показали исследования композитов с проводящей фазой из частиц молибдена и диэлектрической фазой из нитрида алюминия, при этих условиях происходит образование сферообразных конгломератов и можно достичь максимального поглощения СВЧ-энергии в материале поглотителя.

Литература

1. *Ковнеристый Ю.К.*, Лазарева И.Ю., Раваев А.А. Материалы, поглощающие СВЧ-излучения. М., 1982. 164 с.
2. *Ирюшкина Л.Ф.*, Воробьева Н.И. Материалы для внутривакуумных поглотителей СВЧ-энергии. Обзоры по электронной технике. ЦНИИ «Электроника». М.. сер.6. Материалы. 1988. 41 с.
3. *Бухарин Е.Н.*, Власов А.С., Алексеев А.А. Новые высокотеплопроводные объемные СВЧ поглотители. Электронная техника. Сер. Материалы.-Вып.6(235)-1988.-с. 66-70.
4. *Часнык В.И.*, Фесенко И.П. Объемный поглотитель СВЧ- энергии на основе нитрида алюминия и карбида кремния. Техника и приборы СВЧ. 2008., №2, с. 45-47.
5. *Фесенко І.П.*, Часник В.І., Кузенкова М.О. та інші. Діелектричні властивості композитів на основі AlN в мікрохвильовій області. Сверхтвердые материалы. 2004, №1.с. 16-22.
6. *Марков В.Я.*, Белявина Н.М. Апаратно-програмний комплекс для дослідження полікристалічних речовин за їх рентгенівськими дифракційними спектрами. Матеріали 2-ої Міжнар. конф. «Конструкційні та функціональні матеріали», Львів, 14-17 жовтня. 1997 р. Львів: Вид-во НТШ, 1997-с. 260-261.